

附件 1

山东省国内首次使用化工工艺研发过程 安全可靠分析参考要点

一、小试阶段

小试阶段重点关注工艺路线比对，选择本质安全水平较高的化工工艺，明确反应原理，科学确定操作条件，关注工艺副反应和反应后物料处理过程（如蒸馏、干燥、过滤）安全风险，评估潜在的热失控风险、总结异常情况，为后续阶段的优化和决策提供依据。

1. 工艺路线的确定。研发选择工艺路线时，应对同类产品不同工艺路线、主要反应进行充分比较，对比不同合成路线的固有风险，按照“最小化、替代、简化、缓和”原则，选择从源头上消除或减少危险物质的使用及能量风险的本质安全水平较高的化工工艺。

2. 工艺安全性辨识。全面辨识工艺主反应、副反应的安全性。一是明确主、副反应方程式，明晰反应机理，全面识别可能发生的副反应及副产物对工艺路线的安全影响，如产生不稳定化合物、气体、剧毒化学品等。二是在确定温度、压力、加料方式及顺序、加料速率、搅拌强度等影响反应选择性和收率的参数时，应充分考量对整个反应过程的安全影响，评估潜在的热失控风

险，明确反应安全边界。

3. 物料危险性辨识。全面识别原料、中间产品、产品、溶剂、催化剂、中间产物、副产物的物理化学危险性，如闪点、燃点、爆炸极限、自燃性、毒害性、自反应性、腐蚀性、分解温度及分解产物等，明确废气、废水、废渣的主要成分，评估其危险性。

4. 反应安全风险评估分析。开展化工反应安全风险评估，对原料、催化剂、中间产品、产品、副产物、废弃物，以及蒸馏、分馏、干燥、过滤、存储等处理过程涉及的相关物料进行热稳定性测试与分析，对化学反应过程开展热力学和动力学研究测试与分析，了解工艺的潜在风险，采取相应的安全措施。根据反应安全风险评估结果，确定风险等级，对于反应工艺危险度等级超过3级的，应对工艺进行优化或者采取有效的控制措施。

5. 材料的选型分析。根据介质特性与工况参数，正确选择设备、管道等材质，充分考虑温度、压力、物料的相态、腐蚀性、是否含特殊离子等工艺条件。选用的材料应具有足够的稳定性，包括化学性能、物理性能、耐蚀和耐磨性能、抗疲劳性能和组织稳定性。

二、中试阶段

中试阶段重点关注小试工艺参数放大带来的变化，验证设备选型、工艺稳定性，评估工艺操作风险，提出自控方案及工程控制措施建议。

1. 工艺放大安全确认。评估物料量放大变化引起的反应风险

增大，评估放大后传质传热效率、混合均匀度、传质速率变化对反应效率影响、反应选择性改变、副产物生成及局部过热等风险增加，并明确相应控制措施；评估反应终点判定方法的科学合理性。

2. 设备与材料的选型验证。评估设备与管道组成件等所选材质与工艺物料的长期相容性，评估设备材料的耐腐蚀性，评估设备机械密封失效、换热设备积垢传热效率下降引发反应失控、物料输送设备故障停机等风险，并明确相应控制措施。

3. 提出自动化控制方案。以中试数据为基础，明确关键监控参数、控制回路、安全联锁的设定值与逻辑关系，形成可直接指导工程设计的自动化控制方案。

4. 工艺操作风险评估。根据工艺反应机理、反应安全风险评估、危险有害因素分析结果，分析明确工艺操作关键点，对以下方面开展风险评估，并明确安全措施：

（1）评估温度、压力、流量、液位、浓度、搅拌、加料顺序、加料速率、物料配比等偏离正常操作条件时产生的风险；

（2）评估阀门开关错误、物料错误等，尤其是禁忌物料意外混合等误操作时的风险；

（3）评估相分离或分层时可能导致局部过热或反应失控的风险；

（4）评估紧急处置措施如紧急冷却系统、淬灭系统等处置措施的有效性；

(5) 采用微通道反应器、管式反应器等连续流技术时，需评估流量偏差、配比偏差、泄漏、堵塞等新增异常工况及工艺条件变更引发的风险。

5. 提出工程控制措施。根据中试结果，明确关键工艺控制措施，提出进料速率控制、撤热方式、搅拌型式、紧急冷却、安全泄放等工程控制措施。

三、工业化试验阶段

当工业化试验装置的规模与中试装置相当时，工业化试验与中试可合并开展。

工业化试验阶段重点验证工艺、设备、自动化控制等整个生产系统在长期运行条件下的安全性、稳定性和可靠性。

1. 工艺安全分析。在真实生产负荷下，持续评估关键工艺参数安全操作空间的有效性，评估涉及溶剂、未反应原料回收回用，以及蒸馏组分、结晶母液套用过程的杂质累积对工艺、安全的影响。开展工业化试验装置的HAZOP分析。

2. 系统完整性分析。评估从原料进厂、储存、输送、反应、分离、纯化、干燥、包装到“三废”处理等全流程各单元操作的匹配性、协调性和稳定性。

3. 设备、仪表可靠性分析。评估反应器、换热器、机泵、压缩机等关键设备及安全仪表系统在长期连续运行工况下的性能、耐久性和可靠性，关注磨损、腐蚀、结垢、堵塞等问题。评估非正常工况下应急处置系统运行情况 and 结果的接受程度。评估设备

设计压力或设计温度余量不足、机械完整性失效（磨损、疲劳、振动、密封失效）、设备故障等导致的风险。

4. 自动化控制系统验证。根据设备危险性分析，评估关键检测仪表等的基本选型、自控联锁方案的可靠性；评估温度传感器、压力传感器等关键仪表的安全性；评估逻辑设置错误、参数设置错误、传感器/执行机构故障、仪表漂移、冗余失效等导致的风险。

5. 工程控制措施的确认。评估反应釜单位体积的传热面积减小，导致的移热能力变化、升温或降温速率变化，防止热累积；评估精确加料、精准控温、精准计量输送等反应控制在工业化试验阶段工程控制措施的有效性、准确性和响应速度；评估超温、超压、断电及紧急停机等极端情况下的安全风险；评估有毒、可燃等介质的泄漏与扩散的安全风险；对连续或半连续过程，评估设备放大后物料停留时间分布变化对反应程度、选择性的变化带来的安全风险。

四、工业化生产阶段

工业化生产阶段重点关注工艺技术合规性与放大可行性，特别关注工艺危险度3级及以上反应、强放热反应、不稳定物料、高温高压、易燃易爆、剧毒化学品、毒性气体等高风险的环节，当前技术水平是否支持工艺、设备安全放大至目标规模。

1. 工艺技术合规性。评估工艺是否涉及国家、省明令禁止、淘汰的生产能力、设备、产品、工艺技术、装备。

2. 反应安全风险评估结果运用。针对反应安全风险评估结果，评估生产过程中的潜在危险及安全措施可靠性。特别关注工艺危险度等级超过3级的反应，是否采取有效的控制措施。

3. 工艺、设备放大安全论证。工业化生产与工业化试验阶段关键工艺参数、单元操作、原辅材料规格、主要设备材质和型式是否一致；工艺、设备放大倍数及反应热力学、动力学放大效应，放大后传质传热效率，放大后结垢速率是否变化，用于放大的数学模型（反应动力学、计算流体力学）是否经中试、工业化试验验证，外推范围是否合理；停留时间延长是否导致物料分解；仪表测量滞后及自控系统响应时间是否满足；放大后是否存在无法通过工程手段解决的本质风险（如绝热温升超过物料分解温度且无法有效移除）。

4. 设备设施安全论证。大型设备设计及制造加工可靠性、抗震性、防泄漏（特别是高压/高危介质）是否充分验证。

5. 自动化控制可靠性论证。评估关键检测仪表的基本选型、自动控制水平、采用的自控联锁方案可靠性。针对重点监管的危险化工工艺应按照有关文件要求分析自控联锁方案的可靠性。开展工业化生产装置的HAZOP、LOPA分析。

6. 应急处置安全论证。识别主要的工艺安全事故场景（泄漏、火灾、爆炸、中毒）；提供初步的应急处置建议（如隔离源、灭火介质、中和剂、人员疏散）。对国内外同类企业或相近企业历史上出现的事故案例进行分析，在此基础上总结经验教训，提出

预防措施。

7. 三废的安全措施确认。明确废水、废气、固废的类别、数量、处理措施。